

FRAGMENTATION DE GRAINS DE SABLE .

SUIVI PAR EMISSION ACOUSTIQUE ET BILANS DE POPULATION

E. ROUECHE, G. THOMAS, L. PERIER-CAMBY, E. SERRIS

Centre SPIN – LMPG (URA CNRS 2021) – FR MATS.P.U.2145

Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 158 cours Fauriel, 42023 Saint Etienne cedex 2

1. Introduction

Devenue très courante dans le domaine du contrôle non destructif, l'étude des ondes acoustiques est beaucoup moins utilisée pour suivre l'évolution de certains phénomènes. Pourtant elle peut se révéler utile, notamment pour caractériser les phénomènes intervenant lors de la compression des poudres. L'analyse de l'émission acoustique (E.A.) au cours de la compression de plusieurs poudres pharmaceutiques telles que l'aspirine, l'amidon, le saccharose et le kétoprofène a permis de mieux cerner les phénomènes qui se produisent pendant la formation du comprimé [1,2]. Les ondes acoustiques émises par la poudre dépendent des phénomènes se produisant pendant la compression, tels que le réarrangement granulaire, la fragmentation et la déformation plastique des grains. Serris [1,2] a également remarqué que l'intensité de l'émission acoustique est fonction de la poudre. L'émission d'ondes acoustiques peut alors être considérée comme une caractéristique intrinsèque d'une poudre.

En particulier, l'émission d'ondes acoustiques peut être reliée à des propriétés comme l'aptitude à la fragmentation de grains. Dans le présent travail, nous considérerons le cas de grains de sable composés de silice presque pure. Très dur, ce matériau se révèle être très cassant lorsqu'il est faiblement comprimé uniaxialement ($P < 0,5$ MPa). Par ailleurs de tels grains ne présentent pas de comportement plastique ou visco-plastique. Sachant que le réarrangement granulaire émet très peu d'ondes acoustiques, l'émission acoustique enregistrée pendant la compression des grains de sable correspond uniquement à la fragmentation de ces grains. Le sable est donc un matériau modèle pour l'étude de la fragmentation lors d'une compression. Il apparaît alors utile de suivre l'évolution d'une classe granulométrique connue de grains de sable subissant une compression par analyse des ondes acoustiques émises lors de la fragmentation et par analyse granulométrique des grains de sable après compression. Par la suite, l'émission d'ondes acoustiques peut être corrélée avec le taux de fragmentation des grains de sable pour une contrainte appliquée donnée. Ainsi, 5 sables de composition identique, mais de granulométrie et de morphologie différentes, ont été choisis pour étudier la relation fragmentation des grains-émission acoustique.

Dans la seconde partie, nous expliciterons le matériau, les outils utilisés (la presse et les capteurs piézoélectriques) et les conditions opératoires (les paramètres du cycles de compression). Dans la troisième partie, nous détaillerons les résultats des analyses granulométriques et des émissions acoustiques. Pour aboutir, dans la quatrième partie, au développement d'une modélisation simple de la fragmentation des grains. Enfin les résultats feront l'objet d'une discussion dans la cinquième partie.

2. Expérimentation

2.1 Les matériaux

Les matériaux utilisés pour cette étude sont des sables composés de silice presque pur identifiée par DRX sous forme de quartz alpha. Cinq sables, appelés S1, S2, S3, S4 et S5, de granulométrie et de morphologie différentes ont été choisis. la première étape a été d'affiner leur répartition granulométrique par tamisage et de ne garder qu'une classe précise. Ainsi l'étude a porté sur des grains de sables de tailles comprises entre 250 et 300 μm (S1 et S4), 500 et 560 μm (S2) et entre 710 et 800 μm (S3 et S5). Les sables S1, S2 et S3 sont composés de grains de forme arrondie, tandis que les sables S4 et S5 présentent des grains anguleux (fig. 1a et b).

2.2 La presse

La presse utilisée est une presse uniaxiale LLOYD LR 50K pilotée par ordinateur. La gamme de pression pouvant être exercée sur une matrice varie de 0 à 50 kN. Les matrices cylindriques en acier traité sont de trois tailles différentes, une par classe de taille de grains. Leurs diamètres intérieurs sont respectivement de 20 mm, 40 mm et 54 mm afin de permettre l'alignement d'au moins 70 grains dans leur diamètre ce qui permet de s'affranchir des effets de bord dus à la paroi interne de la matrice.

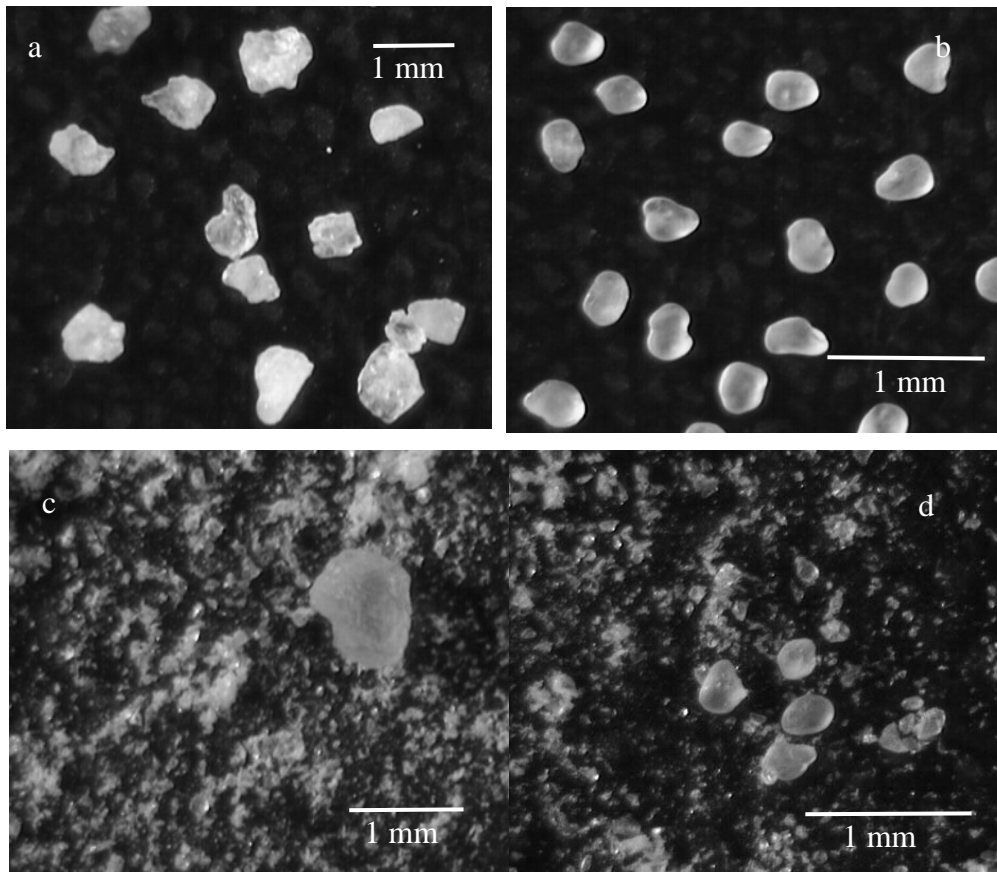


Fig.1. Photos de grains de sable anguleux et arrondis avant et après compression.
 (a) grains anguleux du sable S5, (b) grains arrondis du sable S1,
 (c) grains du sable S5 après compression, (d) grains du sable S1 après compression.

2.3 Le système d'analyse des émissions acoustiques

Les deux capteurs piézoélectriques utilisés pour cette étude sont des capteurs passifs, c'est-à-dire qu'ils ne font qu'« écouter » les ondes acoustiques. Ceux utilisés en contrôle non destructif sont des capteurs à ultrason actifs, c'est-à-dire qu'ils *émettent* et *détectent* les ondes sonores.

Pour cette étude, deux capteurs piézoélectriques miniatures NANO30 de Euro Physical Acoustics résonnant à 300 kHz couplés à deux préamplificateurs (gain 40 dB) sont utilisés. Ce dispositif est connecté à une carte d'acquisition, dotée d'un amplificateur et de filtres, installée sur un ordinateur (fig. 2). Le logiciel Mistras de Euro Physical Acoustics permet de définir les filtres, d'enregistrer et de traiter les données.

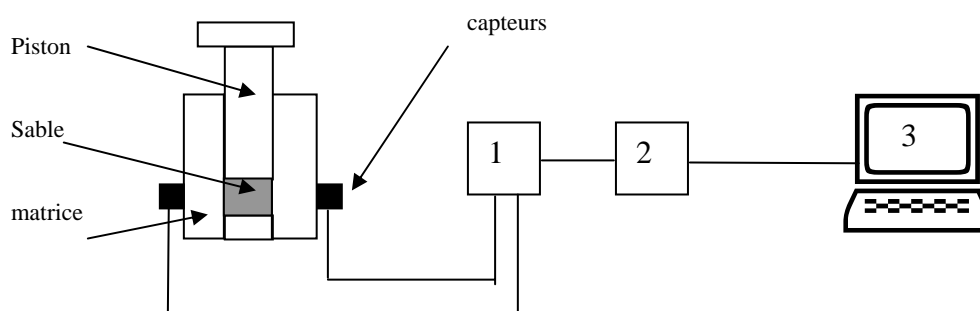


Fig. 2. Représentation schématique du montage expérimental.
 (1) préamplificateur (gain 40 dB) + filtre passe-bande (200-300 kHz) (Brüel & Kjaer modèle 2637).
 (2) amplificateur (gain 30 dB) + filtre passe-haut (0,1-2 MHz) (Brüel & Kjaer modèle 2638), (3) logiciel MISTRAS pour quantifier les émissions acoustiques

2.4 Le protocole opératoire

Avant chaque compression, les matrices sont lubrifiées avec une solution alcoolique de stéarate de magnésium de concentration 5 g.L^{-1} . Puis on verse une quantité préalablement définie (de 2 à 44 g) de sable afin d'avoir une épaisseur d'au moins 15 grains dans la matrice. Le cycle de compression est composé de deux étapes : une montée en pression à la vitesse de 10 mm.min^{-1} jusqu'à la pression désirée, suivie immédiatement d'une diminution de la pression à 10 mm.min^{-1} jusqu'à 0 MPa. Afin d'étudier l'influence de la pression sur la fracture des grains, 4 pressions maximales ont été choisies : 0,5, 2, 10 et 50 MPa. Pour chaque sable, 3 essais sont réalisés à chaque pression.

3. Analyse granulométrique et émission acoustique

3.1 Résultats de l'analyse granulométrique

La comparaison des courbes granulométriques avant et après compression montre bien une évolution du système granulaire vers un état de poudre fine composée de nombreux éclats de grains et de quelques grains n'ayant subi aucune transformation. (fig.1 c et d).

Les grains anguleux se fragmentent énormément (fig. 3.b) dès qu'une contrainte même faible (0,5 MPa) leur est appliquée. De 40 à 50 % des grains initiaux se cassent ; leurs fragments remplissent la classe granulométrique juste inférieure, et une (ou plusieurs) autre classe dont le peuplement en volume est négligeable. Pour le sable 5 dont les grains initiaux sont très gros ($710\text{-}800 \mu\text{m}$), la classe $400\text{-}500 \mu\text{m}$ se peuple immédiatement dès l'application d'une contrainte de 0,5 MPa. Les sables 1, 2 et 3 dont les grains sont arrondis se fracturent nettement moins (fig. 3.a), il faut que la pression appliquée soit de 50 MPa pour que plus de 50 % des grains initiaux soient fracturés.

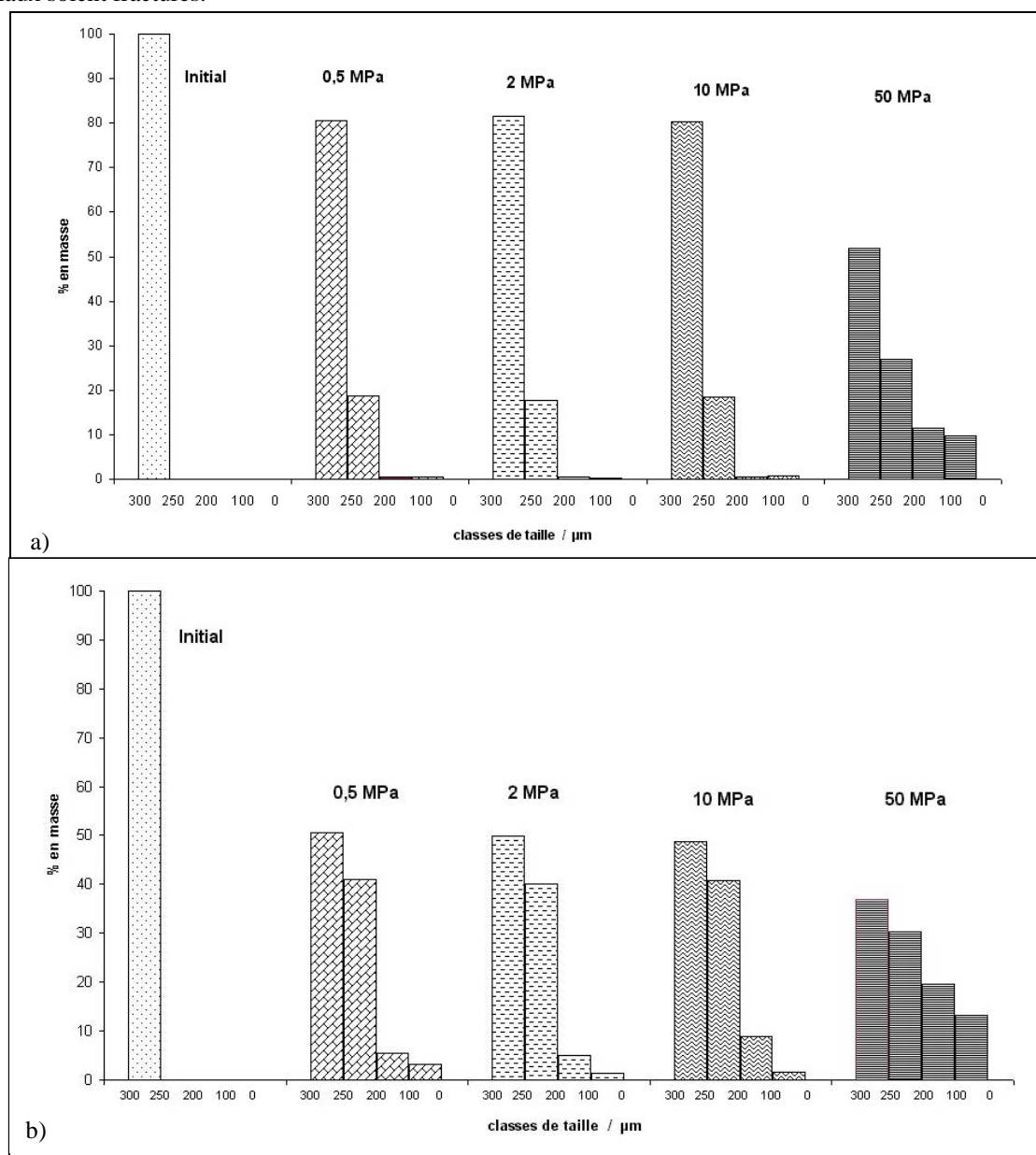


Fig.3 Evolution de la taille des grains a) du sable S1 (arrondis) et b) du sable S4 (anguleux).

L'effet de la taille des grains de départ a une influence sur le remplissage des classes granulométriques des grains très fins ($<100\text{ }\mu\text{m}$). Plus les grains de départ sont gros, plus il faut appliquer une contrainte élevée pour obtenir des grains fins.

3.2 Résultats d'analyse des émissions acoustiques

Lors d'une contrainte appliquée jusqu'à 0.5 MPa des ondes acoustiques sont émises en continu à partir de pression voisine de 0.1 MPa . Mais pour des contraintes appliquées supérieures à 0.5 MPa , on remarque que l'émission acoustique cesse à un certain niveau de compression. Ce niveau de compression à partir duquel il n'y a plus d'émission acoustique augmente avec la taille des grains de départ, que ces derniers soient arrondis ou anguleux. Pour des grains de même taille au départ mais de sphéricité différente, les grains anguleux cessent plus rapidement d'émettre du bruit, donc de se fragmenter (fig. 4).

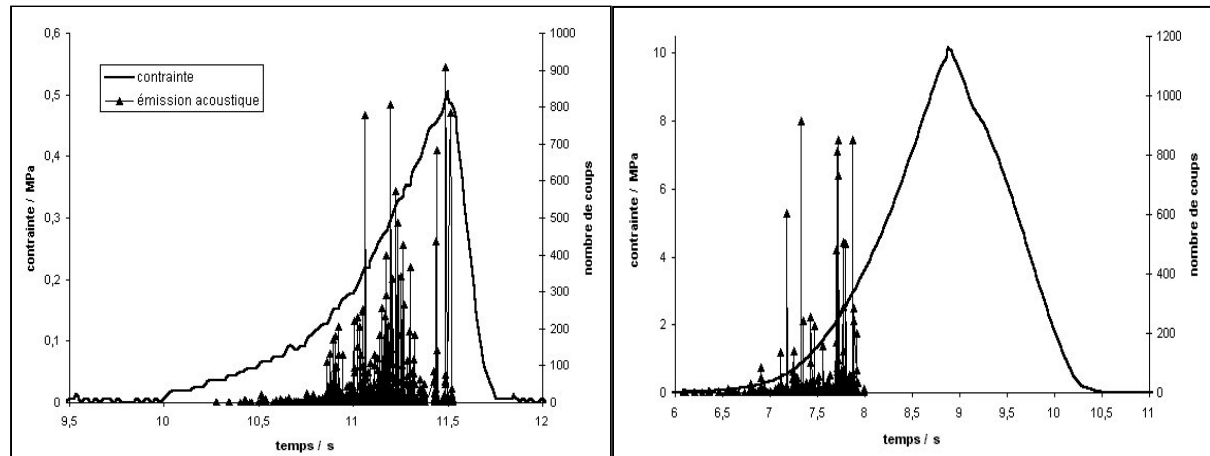


Fig. 4 Courbes contrainte et émission acoustique en fonction du temps pour le sable 2 – effet de la pression.

L'analyse par émission acoustique de la compression d'un seul grain de sable est indiquée figure 5. Elle montre clairement que la fragmentation d'un grain a lieu par étapes. Lorsque le piston arrive au contact du grain, ce dernier éclate en émettant une salve d'ondes acoustiques. Le grain laisse alors sa place à des grains plus petits. Le piston doit descendre à nouveau pour entrer en contact avec ces grains et les faire éclater. Une nouvelle salve d'ondes acoustiques est émise et de nouveaux grains apparaissent, et ainsi de suite. La courbe contrainte en fonction du temps (fig.5) montre les pics correspondant au moment où le piston est au contact d'un grain. De même, la courbe des émissions acoustiques cumulées a une forme d'escalier dont les paliers correspondent au moment où le piston descend dans la matrice pour atteindre les grains ou les morceaux de grains.

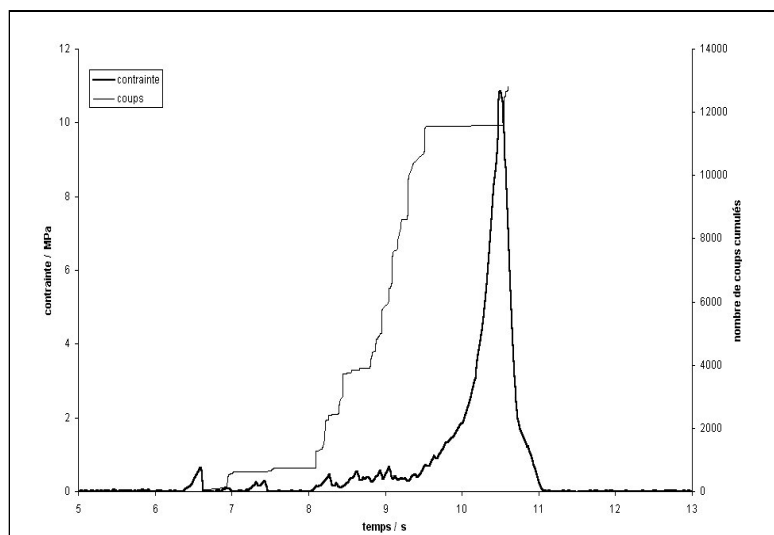


Fig. 5 Compression d'un grain de sable de $800\text{ }\mu\text{m}$ à 10 MPa .

4. La modélisation

Saint-Raymond [5] a réalisé une modélisation sur la fragmentation et la déformation de grains de poudres organiques lors d'une compression. En l'adaptant au cas du sable, la quantification des phénomènes de fragmentation seule peut être élaborée à partir des considérations précédentes, et des hypothèses suivantes.

4.1 Hypothèses

- Un grain supposé sphérique, de rayon initial R_0 , se fragmente en deux grains fils sphériques, de rayons respectifs R_i et R_T .
- De même, chacun de ces grains fils se fragmentera à son tour en deux grains fils de la même façon. Un grain de rayon R_i , se fragmentera en deux grains fils de rayons respectifs R_{i+1} et R_{i+T} .
- Le rapport des volumes des deux grains fils créés est noté s ($s>1$). Le rapport s des volumes des grains créés est indépendant de la taille R_i .
- il n'y a aucune déformation plastique ou visqueuse des grains
- la fragmentation est irréversible et il n'y a pas d'agrégation des grains.
- Soit N_0 le nombre initial de grains dans la classe granulométrique de départ de rayon R_0 à la pression initiale P_0 . A la pression P , à la suite des fragmentations successives, le nombre de grains de rayon R_i dans chaque classe i prises parmi les $1+n$ classes au total est noté N_i . Le plus petit grain possible a la taille R_n . La variation dNR_i du nombre relatif de grains de la classe i contenant des grains de rayon i (relativement au nombre N_0 de grains initiaux supposés tous de même taille R_0) est proportionnelle au nombre relatif de grains de la classe $NR_i = N_i/N_0$, et à un incrément de pression dP .
- Le coefficient de proportionnalité k_i est fonction de R_i selon une loi prenant en compte les surfaces respectives des grains : $k_i = k (R_i/R_0)^2$ où k est appelé constante de fragmentation.

4.2 Equations de bilan de population

Les variations de population en nombre de chaque classe sont dues à des apports venant des classes de taille supérieure, et à des pertes dues à la fragmentation d'une partie des grains de la classe considérée sous l'effet de l'augmentation de pression :

$$dNR_i = k_{i-1}(R_{i-1}) * NR_{i-1} * dP + k_{i-T}(R_{i-T}) * NR_{i-T} * dP - k_i(R_i) * NR_i * dP$$

Ces relations sont modifiées pour les toutes premières ou dernières classes envisagées. En particulier pour la première classe on a : $dNR_0 = -k * NR_0 * dP$, et pour la deuxième : $dNR_1 = k * NR_0 * dP - k (R_1/R_0)^2 NR_1 dP$

Le coefficient entier T permet de travailler avec un nombre raisonnable de classes ($n=80$), compatible avec le programme informatique que nous avons développé en turbo Pascal. Il est relié à s par une expression déduite de la conservation de la matière : $R_i/R_0 = [(1+s)/s]^{-1/3}$ et $s = (R_i/R_T)^3 = (R_{i+1}/R_{i+T})^3$. De cette manière tous les fragments créés auront une taille identique à celles des classes granulométriques choisies en nombre fini.

Le rayon moyen des classes suit une échelle puissance. La périodicité des classes pour $s = 4.30933$ est $T = 8$: deux fragments fils d'un grain de rayon R_i se retrouvent dans la classe $i+1$ et $i+8$ dans ce cas.

4.3 Résultats

Afin de développer notre modèle, prévoir l'évolution avec la pression des classes granulométriques, et confronter ces résultats aux résultats expérimentaux, il fallait au préalable disposer de données réalistes permettant de paramétrer correctement notre logiciel. Nous avons pu estimer les valeurs de s à partir de l'étude de la courbe de distribution obtenue par granulométrie laser d'un sable comprimé à 100 MPa.

Le modèle conduit à des séries de distribution pour différentes pressions. La modélisation approchant le plus la réalité est obtenue pour $k = 0.02 \text{ MPa}^{-1}$ et $s = 4.309$.

La courbe de distribution du sable comprimé à 100 MPa est proche de celle prévue par notre modèle, ce qui permet d'envisager une validation globale de nos hypothèses et de notre démarche (figure 6). Dans ce cas le système granulaire initial ($P=0$) a été pris en adoptant la distribution granulométrique initiale réelle des grains de sable de départ.

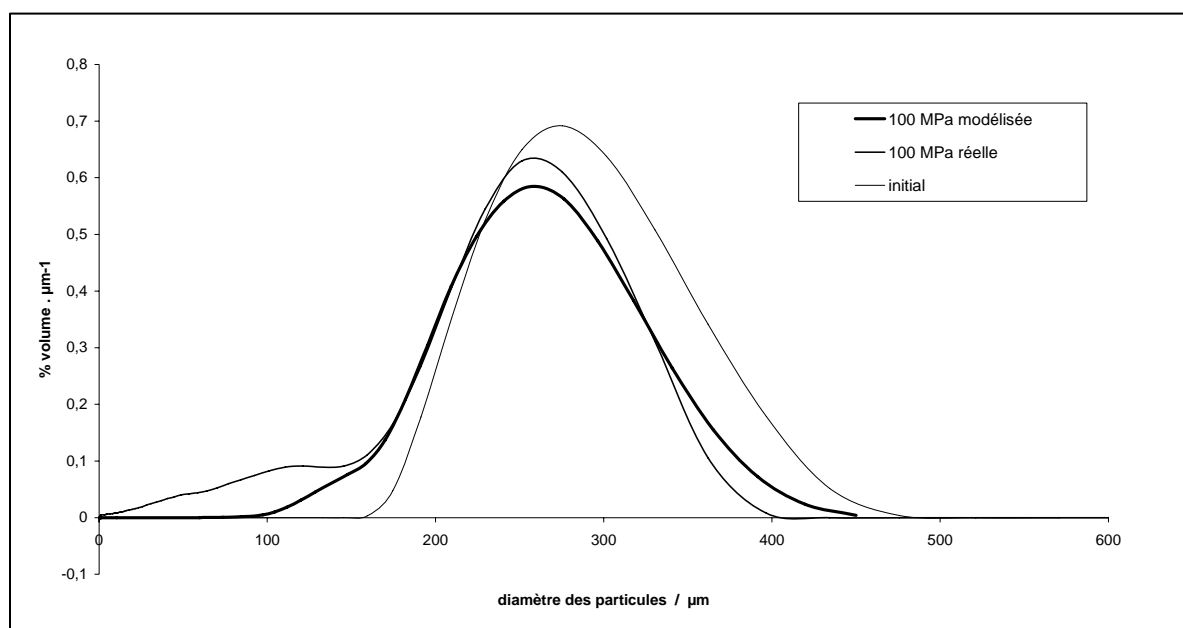


Fig. 6 Comparaison des courbes de distribution granulométrique réelle et modélisée pour la fragmentation à 100 MPa d'une classe granulaire

5. Discussion

Nous avons montré que l'émission acoustique est directement liée à la capacité des grains à se fracturer. Plus les grains sont anguleux, plus ils se fracturent et plus ils émettent d'ondes acoustiques. Il a également été observé que l'émission acoustique cesse à partir d'une certaine contrainte P_I , fonction de la taille des grains et de leur morphologie. Pourtant la fragmentation se poursuit au delà de P_I : les courbes granulométriques montrent que la taille des grains diminue surtout à partir de 50 MPa. Le fait de ne plus capter d'émission acoustique peut provenir de l'augmentation du nombre de petits grains devenant prédominant dans la matrice et atténuant les signaux acoustiques émis par les grains qui se fragmentent toujours. Cela pourrait aussi provenir des capteurs piézoélectriques, pas assez sensibles aux fréquences des derniers grains se fragmentant. Néanmoins nous jugeons ces hypothèses peu crédibles ou peu cohérentes (quantité de matière faible, gamme de fréquence détectée assez large).

Deux interprétations peuvent être avancées. Tout d'abord, les grains initiaux de rayon R_0 peuvent être mécaniquement hétérogènes : une distribution de défauts de taille critique apparaît dans notre système granulaire, et les grains très fragiles vont se fragmenter aux très basses pressions, les plus durs résister même à 50 MPa. Les grains initiaux sont homogènes ; lors de la fragmentation des premiers grains, les grains fins générés viennent occuper les pores intergranulaires, et assurent des contacts plus nombreux et mieux répartis entre les grains, entre grains et matrice, ou entre piston et grains. Les contraintes locales sont alors moins intenses et limitent la fragmentation.

Notre modélisation analytique suppose implicitement un milieu homogène, pour les grains et pour la pression. Il ne prend en compte ni des grains hétérogènes, ni une des hétérogénéités des contraintes locales responsables de la fragmentation.

6. Conclusion

Il a été démontré une relation étroite entre les signaux acoustiques émis au cours de la compression de sables de silice pure et l'aptitude des grains à la fragmentation mise en évidence par des analyses granulométriques. Les grains de sable utilisés respectent un certain nombre d'hypothèses avancées pour modéliser les évolutions de populations des grains au cours de la compression uniaxiale imposée.

L'hypothèse d'homogénéité des grains adoptée peut cependant limiter l'application de tels modèles à des matériaux d'une nature différente (matériaux plastiques ou viscoplastiques notamment) ou à des matériaux soumis à d'autres types de contrainte (broyage dans différents types de broyeurs).

7. Références

1. E. Serris, L. Perier-Camby, G. Thomas, M. Desfontaines, G. Fantozzi, *Pow. Tech.* 128, 296 (2002).
2. E. Serris, L. Perier-Camby, G. Thomas, M. Desfontaines, G. Fantozzi, *Sil. Ind.* 66, 67 (2001).
3. J. Huang, S. Ose, S. de Silva, K.H. Esbensen, *Pow. Tech.* 129, 130 (2003)
4. W.A. Olsson, *Mech. Mat.* 33, 659 (2001)
5. O. Saint-Raymond, G. Thomas, *Récents progrès en génie des procédés*, (7) 27, 135 (1993)

Remerciements

Nous tenons à remercier la société Ferraz-Shawmut et plus particulièrement M. Gelet pour son aide à la réalisation de ce travail, et F. Lillouch pour son sa participation à la phase expérimentale de ce travail.